

整理番号	H29-J-107	報告者氏名	峯田 才寛
------	-----------	-------	-------

研究課題名

繰り返し回転曲げ引張加工による Mg 合金の組織制御と機械特性改善

<代表研究者> 機関名： 弘前大学 職名：助教 氏名：峯田 才寛

<共同研究者> 機関名： 職名： 氏名：  
 機関名： 職名： 氏名：  
 機関名： 職名： 氏名：  
 機関名： 職名： 氏名：

<研究内容・成果等の要約>

本研究では、汎用 Mg 合金に対して繰り返し回転曲げ引張加工(Accumulative Rotary-Bending and Tensile-loading : ARBT)を施すことにより常温及び高温での機械特性を改善することにある。

汎用 Mg 合金である AZ31 に ARBT を施すことにより、延性を損なうことなく常温での降伏強度を約 1.4 倍向上させることに成功した。また高温クリープ試験の結果より ARBT を施した AZ31 は変形に対する抵抗が大きく、且つ破壊し難くなることを見出した。これらの結果より、ARBT は Mg 合金の常温及び高温での機械特性を同時改善するのに有効であると結論される。また電子後方散乱回折法を用いた組織観察から、ARBT 処理により結晶方位が変化することを見出した。したがって、上記の機械特性向上は ARBT による材料組織の変化に起因するものであると考えられる。

本研究成果の一部はこれまでに 2 件の学会口頭講演、2 件の招待講演、2 件のポスター講演、1 件の受賞、2 件の論文として纏められている。

<研究発表（口頭、ポスター、誌上別）>

【口頭】

- [1]. 峯田才寛, 佐藤裕之, 巨大ひずみ加工による BCC 単相 Mg-Li 系合金の特性改善, 第 17 回日本金属学会東北支部研究発表大会, 2018 年 11 月
- [2]. 峯田才寛, 佐藤裕之, 巨大ひずみ加工が Mg-Li-Al 合金の機械特性及び耐食性に与える影響, 第 163 回日本金属学会春期講演大会, 2018 年 9 月
- [3]. 峯田才寛, マグネシウム合金における変形能と活動する塑性変形機構の関係, 日本物理学会 第 28 回 格子欠陥フォーラム, 2018 年 9 月(招待講演)
- [4]. 峯田才寛, Mg 合金の塑性変形挙動に対する各塑性変形機構の CRSS を用いた考察, 第 68 回高性能 Mg 合金創成加工研究会, 2017 年 12 月(招待講演)

【ポスター】

- [5]. 峯田才寛, 米坂俊哉, 佐藤裕之, RBT 加工が A5052 合金のクリープ曲線形状に及ぼす影響, 第 164 回日本金属学会春期講演大会, 2019 年 3 月
- [6]. Takahiro Mineta, Seiji Miura, Kazuhiko Oka and Tatsuya Miyajima, Application of Modified Optical Indentation Microscopy as New *In Situ* Indentation Method, The Sixth International Indentation Workshop (IIW6), 3 July 2018 (International Indentation Workshop best poster award 受賞)

【論文】

- [7]. Takahiro Mineta, Tatsuya Saito, Takahiro Yoshihara, Hiroyuki Sato, Structure and Mechanical Properties of Nanocrystalline Silver Prepared by Spark Plasma Sintering, Materials Science and Engineering: A, 754 (2019) 258-264.
- [8]. Takahiro Mineta and Hiroyuki Sato, Simultaneously Improved Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Mg-Li-Al Alloy Produced by Severe Plastic Deformation, Materials Science and Engineering: A, 735 (2018) 418-422.

<研究の目的、経過、結果、考察（5000 字程度、中間報告は 2000 字程度）>

### 【研究の目的】

本研究の目的は、Mg 合金に対して適切な加工及び熱処理を施すことにより常温及び高温での機械特性を同時に改善することにある。常温での機械特性改善は自動車や航空機、船舶のボディ等の部材としての応用に重要となり、また高温での機械特性改善は恒常的に高温に曝されるエンジン周りの部材としての応用に重要となる。結果として、常温及び高温における Mg 合金の機械特性を同時改善することは輸送機器等の軽量化に繋がると期待される。

本研究における ARBT 加工法(図 1)では材料の試料表面近傍と試料中心に対してそれぞれ異なる応力を付与することが可能であり、結果として 1 つの試料中で加工量の異なる領域が形成される。それに高温での熱処理を合わせることで、非常に複雑な材料組織の制御が可能となる。

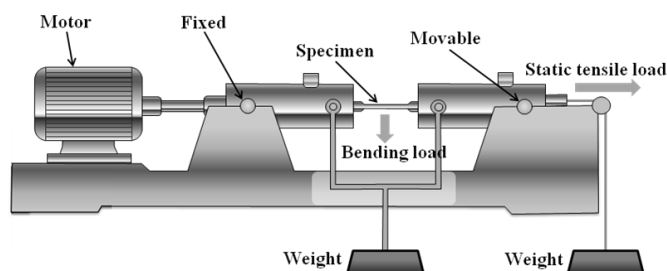


図 1. ARBT 加工装置の模式図

### 【経過】

本研究では、汎用 Mg 合金である AZ31(Mg-3 mass%Al-1 mass%Zn)の押出材を第一の研究対象とした。AZ31 に対して 673 K、1 h の溶体化熱処理を施した。以降この溶体化熱処理を施した AZ31 を ST 材と称する。ST 材に対して RBT 処理を曲げ応力 150 MPa または 200 MPa、回転数 1000 の条件で施した後に上記と同じ熱処理を施した。以降、このそれぞれの曲げ応力で ARBT 処理された AZ31 を ARBT150 材及び ARBT200 材と称する。各試験片を用いた引張試験をひずみ速度  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、常温の条件で行った。また、高温クリープ試験を種々の温度、負荷応力の条件で行った。各種機械試験では引張方向と押出方向が平行となるように調整した。実験方法の模式図を図 2 に示す。

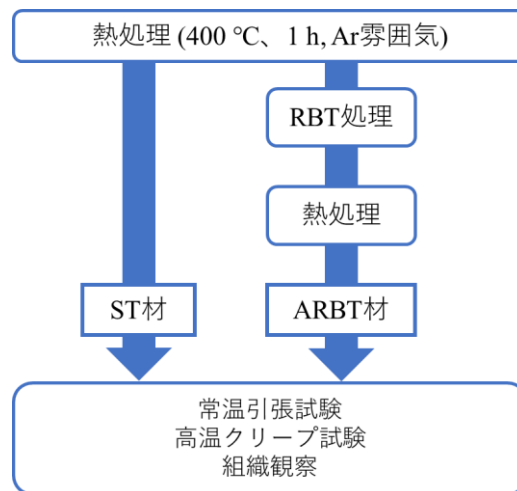


図 2. 実験方法のフローチャート

### 【結果、考察】

#### 1. 常温引張試験

図 3 に(a)常温引張試験から得られた応力-ひずみ曲線及び(b)各試験片での降伏強度、引張強度 (UTS)、引張伸びを示す。RBT 加工及び続く熱処理を行うことで常温機械特性が明瞭に変化することが明らかとなった。ARBT150 材は ST 材に比べて降伏強度が向上した。これは RBT 加工により導入された新たな双晶界面が転位運動の障害となり強化につながったものと理解される。一方で RBT200 材では引張伸びの劣化が確認された。ARBT150 材における AZ31 の機械特性改善の要因は、ARBT 処理中に結晶粒内で形成した双晶であると考えられる。Mg 合金において特定の方位から変形

を付与することにより双晶が形成されることは広く知られている。ARBT 処理中に AZ31 試験片に付与される応力方向は双晶発生に必要な応力方向と一致し、結果として曲げ応力の大きな試料表面近傍に多く双晶が発生すると考えられる。また双晶界面の存在は転位運動のトラップ源となり、材料強度の向上に寄与する。一方で双晶界面は他の多くの結晶粒界(大傾角のランダム粒界)に比べ界面エネルギーが低い所謂対応粒界であり、対応粒界を多く含む金属材料はランダム粒界を多く含む材料に比べ延性に優れることが知られている。したがって、ARBT 処理中に試験片表面近傍に導入された双晶界面の存在により優れた強度及び延性が発現したと推測される。これは RBT 加工中に生じた疲労亀裂が要因であると推測される。以上より、ARBT 処理により Mg 合金の常温機械特性の向上が可能であると結論される。

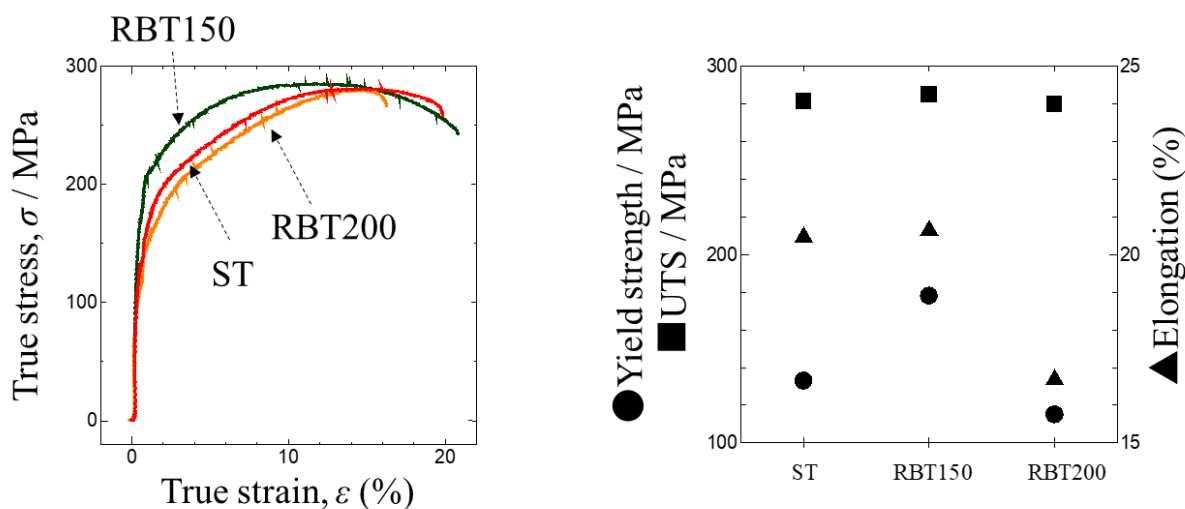


図3. 常温引張試験から得られた(a)応力-ひずみ曲線及び(b) 降伏強度、引張強度(UTS)、引張伸び。

## 2. 高温クリープ試験

図4に高温クリープ試験の典型的な結果として試験温度 200 °C、応力 30 MPa から得られた(a) 真ひずみ-時間曲線、(b)真ひずみ速度-時間曲線、(c)真ひずみ速度-真ひずみ曲線を示す。RBT150 材及び RBT200 材で共に真ひずみ速度が減少し、クリープ強度が改善することが確認された。また RBT200 材では真ひずみ 0.2 程度から明瞭な加速クリープが確認され、結果として他の試料に比べて小さな真ひずみ量で破断に至った。これは常温引張試験と同様に、RBT 処理中に導入された疲労亀裂が要因であると考えられる。

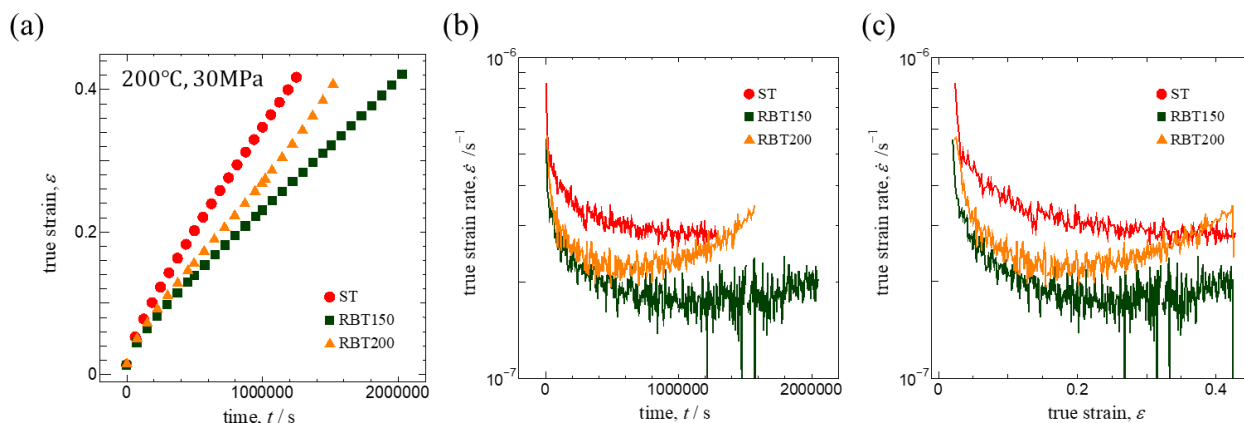


図4. 典型的な高温クリープ試験結果。

図5に各試料を用いたクリープ試験から得られた応力指数解析の結果を示す。一般的にクリープ試験時の負荷応力 $\sigma$ と最小ひずみ速 $\dot{\epsilon}$ の関係は以下の式で表される。

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n$$

ここで $A$ は材料固有の定数、 $n$ は応力指数である。ST材とRBT150材では応力指数に大きな変化はなく、高温変形機構は同様のべき乗則クリープであったと考えられる。その一方で、特に低温・低応力の条件ではARBT処理により最小ひずみ速度が低下する、言い換えるならば高温強度が改善することが明らかとなった。

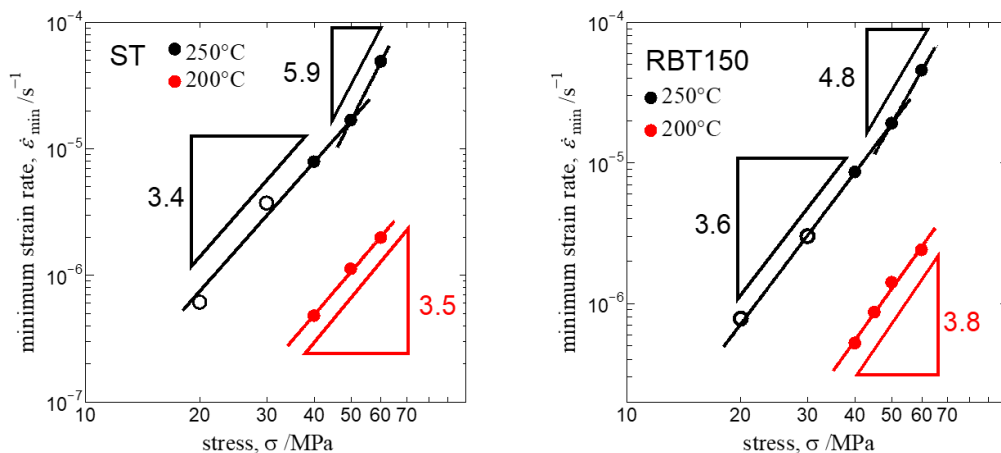


図5. 応力指数解析結果。

クリープ変形の活性化エネルギー $Q$ は以下の式で示される。

$$\dot{\epsilon} = B \exp(-Q/RT)$$

ここで $B$ は定数、 $R$ は気体定数、 $T$ は絶対温度である。図6にST材とARBT150材における最小ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と温度の逆数 $1/T$ の関係を示す。結果として、平均した活性化エネルギーはST材において114.6 kJ/mol、ARBT150材において111.7 kJ/molと見積もられ、ARBT処理により活性化エネルギーの値は大きく変化しないことが確認された。これらの値はMgにおける自己拡散の活性化エネルギーに近く、その拡散機構が本研究におけるAZ31合金のクリープ変形を主として律速していると考えられる。

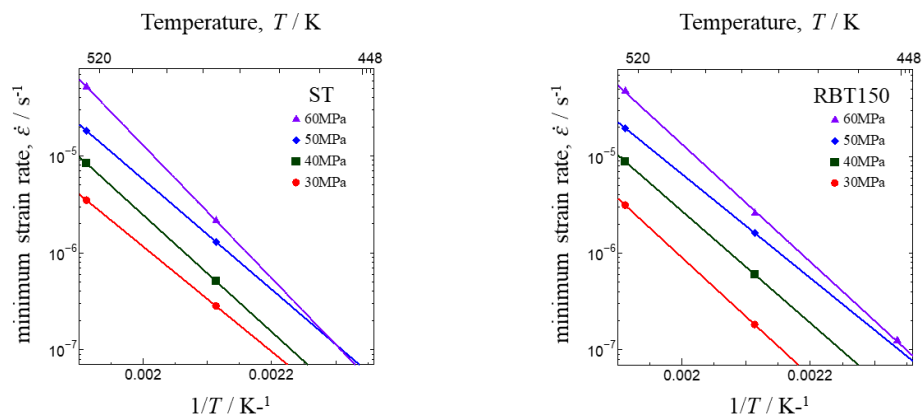


図6. クリープの活性化エネルギー解析結果。

他条件で作製したAZ31とのクリープ強度の比較を行うため、Zener-Hollomonパラメータ( $Z$ 因子)を用いた解析を行った。 $Z$ 因子は以下の式で表される。

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$$

一般的に、 $Z$ 因子が小さいほど高温強度が優れていると言える。図に先行研究(P. S. Roodposhti, et al.,

Materials Science and Engineering: A, 626 (2015) 195-202.)のものを含めた Z 因子を示す。横軸は各温度におけるヤング率  $E$  で規格化した負荷応力  $\sigma$  である。図 7 に示す通り、ARBT 処理を施すことにより同等の  $\sigma/E$  における Z 因子が低下することが明らかとなった。特に低応力域では Z 因子の低下が顕著であり、ARBT 処理による高温強度改善効果の負荷応力依存性が示唆された。

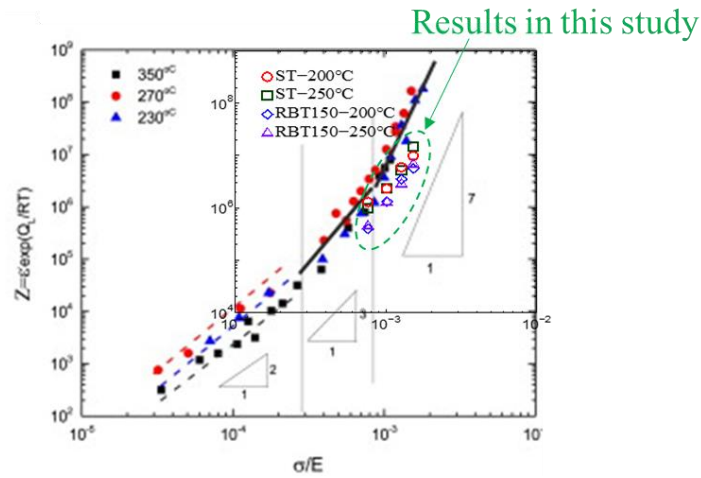


図 7. Z 因子解析結果。

### 3. 組織観察

ARBT 処理による特性改善効果を理解するため、EBSD(電子線後方散乱回折法、Electron backscatter diffraction)による組織観察を行った。図に ST 材、ARBT150 材、ARBT200 材における逆極点図方位マップを示す。測定された各試験片の結晶粒径には大きな差が無いことが明らかとなった。Fig に各試験片における逆極点図を示す。EBSD 解析では、押出方向(引張方向)と垂直の面を観察した。ARBT 加工により、結晶方位が変化することが確認された。Mg 合金の場合、押出加工により強い集合組織が形成される。結果として、本試料のような AZ31 合金押出材を EBSD 解析した場合には逆極点図の(0001)から離れた個所にプロットが集中することになる。実際に、ST 材では(0001)から  $75^\circ$  以上離れた個所に結晶方位のプロットが集中しており、典型的な集合組織が形成されていることが明らかとなった。一方で ARBT 材では結晶方位が比較的(0001)に近い箇所にプロットが存在しており、ARBT による結晶方位の変化が確認された。また RBT 負荷曲げ応力の増加に伴い結晶方位の変化が顕著となることが明らかとなった。この結晶方位の変化は RBT 曲げ応力により形成された双晶変形に起因するものと考えられる。

結晶方位が変化することで Schmid factor(単軸引張負荷応力を材料内におけるせん断応力へ変換する因子)の値が変化する。そのため、常温・高温問わず引張変形中には AZ31 合金の各部位においてひずみの整合性を取るための応力分配が生じると考えられる。これが AZ31 合金における ARBT による常温・高温強度同時改善効果の一因であると結論される。

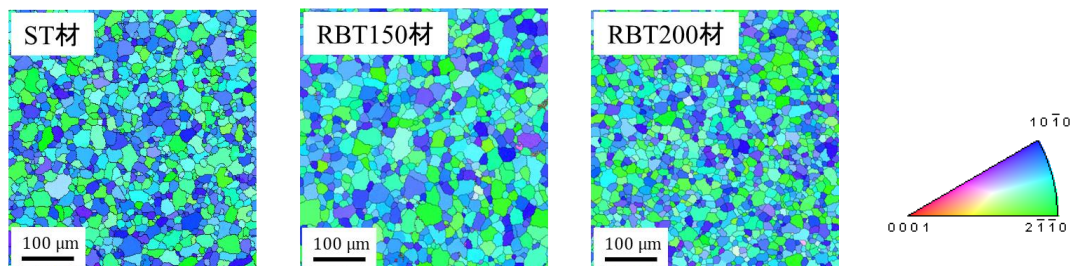


図 7. EBSD 方位解析より得られた逆極点図マップ。

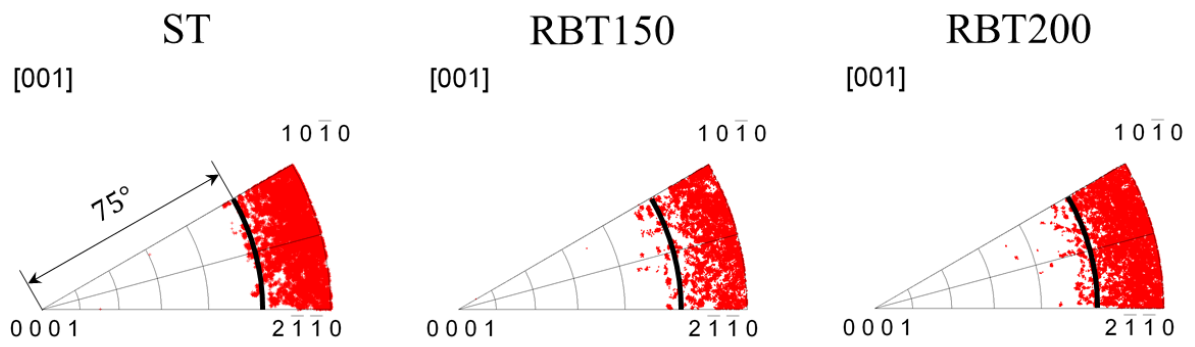


図 8. EBSD 方位解析より得られた逆極点図。

#### 4. まとめ

以上より適切な条件での ARBT 処理により Mg 合金の室温・高温強度同時改善が可能であることが明らかとなった。また比較的低温・低応力ほど強度改善が顕著であることが明らかとなった。EBSD 方位解析の結果から、双晶変形に起因する結晶方位の変化が確認された。以上より、ARBT による結晶方位変化が Mg 合金の強度改善の要因であると結論される。